

Room temperature solid-phase reaction of thermosensitive powder with negative temperature coefficient

Publication number: CN1274737 (A)

Publication date: 2000-11-29

Inventor(s): WANG JIANGYING [CN]; JIA DIANZENG [CN]

Applicant(s): XINJIANG INST OF PHYSICS CHINS [CN]

Classification:

- international: C09K5/00; H01C7/04; C09K5/00; H01C7/04; (IPC1-7): C09K5/00

- European:

Application number: CN19991006687 19990524

Priority number(s): CN19991006687 19990524

Also published as:

 CN1093159 (C)

Abstract of CN 1274737 (A)

Powdered material is first obtained by means of full grinding manganese acetate, nickel acetate, cobalt acetate, and magnesium acetate, mixing the ground material with oxalic acid, and subsequent treatment including drying, pre-decomposition, thermal decomposition and grinding, and then mixed with organic adhesive, sieved, pelletized, tableted, sintered and heat treated to obtain the thermosensitive powder. Compared with conventional ball grinding process, co-precipitation process and sol-gel process, the said process has the features of low reaction temperature, no need of solvent for reaction, high yield, short synthetic period, easy-to-control reaction condition, wide application range, etc.

Data supplied from the **esp@cenet** database — Worldwide

[19]中华人民共和国国家知识产权局

[51]Int. Cl⁷

C09K 5/00

[12] 发明专利申请公开说明书

[21] 申请号 99106687.1

[43]公开日 2000 年 11 月 29 日

[11]公开号 CN 1274737A

[22]申请日 1999.5.24 [21]申请号 99106687.1
[71]申请人 中国科学院新疆物理研究所
地址 830011 新疆维吾尔自治区乌鲁木齐市北京
南路 40 号
[72]发明人 王疆英 贾殿增

[74]专利代理机构 中国科学院新疆专利事务所
代理人 张 莉

权利要求书 1 页 说明书 4 页 附图页数 0 页

[54]发明名称 负温度系数热敏粉体的制备方法—室温固相反应

[57]摘要

本发明涉及一种负温度系数热敏粉体的制备方法—室温固相反应,该方法是将 醋酸锰、醋酸镍、醋酸钴、醋酸镁充分研磨后与草酸混合,然后进行处理、干燥、预分解、热分解、研磨即得粉料,再加入有机粘合剂、过筛造粒、压成圆片、烧结、热处理等步骤制成;采用该方法与球磨法、共沉淀法、溶胶—凝胶法相比,具有反应温度低、反应无需溶剂、产率高、合成周期短、反应条件易控制、适用范围广等特点。

ISSN 1000-8427 4

权 利 要 求 书

1、一种负温度系数热敏粉体的制备方法—室温固相反应，其特征在于，分以下步骤进行：

首先将醋酸锰、醋酸镍、醋酸钴、醋酸镁充分研磨，在将研磨后的醋酸锰、醋酸镍、醋酸钴、醋酸镁与等摩尔量的草酸混合，充分研磨1小时，然后放入微波炉中处理2分钟，再置于70℃干燥，研磨为粉末。

再将研磨后的粉末放入马福炉中在150—250℃内预分解4小时，然后在800—900℃热分解4小时，充分研磨得到负温度系数热敏粉料。

再将所得热敏粉料中加入3% 聚乙烯醇有机粘合剂混合均匀，过筛造粒，干压成型小圆片，然后将圆片素坯放入硅碳棒箱式炉中，在1150—1300℃烧结，烧结时间为3—6小时，升、降温速率为60℃/小时；采用钯—银导体浆料在烧结片两面制备电极，在150℃下热处理200小时，焊上引线，在恒温油槽中测定R_{25℃}、R_{50℃}得到B值、电阻率、阻值变化率即可。

说明书

负温度系数热敏粉体的制备方法—室温固相反应

本发明涉及一种负温度系数热敏粉体的制备方法—室温固相配位化学反应方法

负温度系数热敏粉体的制备方法通常采用有球磨法、共沉淀法、溶胶—凝胶法等，而这些方法在反应时温度高、合成周期长、反应条件难以控制、以及在反应时需要大量的溶剂。本发明针对存在的问题，经过大量的实验，研制出对负温度系数热敏粉体的制备采用室温固相配位化学反应方法。

本发明目的在于，研制的负温度系数热敏粉体的制备方法—室温固相反应，是将醋酸锰、醋酸镍、醋酸钴、醋酸镁充分研磨后与草酸混合，然后进行处理、干燥、预分解、热分解、研磨即得粉料，再加入有机粘合剂、过筛造粒、压成圆片、烧结、热处理等步骤制成；采用该方法与球磨法、共沉淀法、溶胶—凝胶法相比，具有反应温度低、反应无需溶剂、产率高、合成周期短、反应条件易控制、适用范围广等特点。

本发明研制的负温度系数热敏粉体的制备方法—室温固相反应，分以下步骤进行：

首先将醋酸锰、醋酸镍、醋酸钴、醋酸镁充分研磨，在将研磨后的醋酸锰、醋酸镍、醋酸钴、醋酸镁与等摩尔量的草酸混合，充分研磨1小时，然后放入微波炉中处理2分钟，再置于70℃干燥，研磨为粉末。

再将研磨后的粉末放入马福炉中在150—250℃内预分解4小时，然后在800—900℃热分解4小时，充分研磨得到负温度系数热敏粉料。

再将所得热敏粉料中加入3%聚乙烯醇有机粘合剂混合均匀，过筛造粒，干压成型小圆片，然后将圆片素坯放入硅碳棒箱式炉中，在1150—1300℃烧结，烧结时间为3—6小时，升、降温速率为60℃/小时，采用钯—银导体浆料在烧结片两面制备电极，在150℃下热处理200小时，焊上引线，在恒温油槽中测定R_{25℃}、R_{50℃}得到B值、电阻率、阻值变化率即可。

实施例1（含量以摩尔为单位）

首先将3.6mol醋酸锰、2.4mol醋酸镍充分研磨，与等摩尔量的草酸混合，充分研磨1小时，然后放入微波炉中处理2分钟，再置于70℃干燥，研磨为粉末。

再将研磨后的粉末放入马福炉中在150-250℃内预分解4小时，然后在800-900℃热分解4小时，充分研磨得到负温度系数热敏粉料。

再将所得热敏粉料中加入3%聚乙烯醇有机粘合剂混合均匀，过筛造粒，干压成型小圆片，然后将圆片素坯放入硅碳棒箱式炉中，在1150-1300℃烧结，烧结时间为3-6小时，升、降温速率为60℃/小时，采用钎-银导体浆料在烧结片两面制备电极，在150℃下热处理200小时，焊上引线，在恒温油槽中测定R25℃、R50℃的B值为3780K，电阻率P为2100Ω·cm，阻值变化率+1.2%。

实施例2（含量以摩尔为单位）

首先将4mol醋酸锰、2mol醋酸镍充分研磨，与等摩尔量的草酸混合，充分研磨1小时，然后放入微波炉中处理2分钟，再置于70℃干燥，研磨为粉末。

再将研磨后的粉末放入马福炉中在150-250℃内预分解4小时，然后在800-900℃热分解4小时，充分研磨得到负温度系数热敏粉料。

再将所得热敏粉料中加入3%聚乙烯醇有机粘合剂混合均匀，过筛造粒，干压成型小圆片，然后将圆片素坯放入硅碳棒箱式炉中，在1150-1300℃烧结，烧结时间为3-6小时，升、降温速率为60℃/小时，采用钎-银导体浆料在烧结片两面制备电极，在150℃下热处理200小时，焊上引线，在恒温油槽中测定R25℃、R50℃的B值为3820K，电阻率P为2400Ω·cm，阻值变化率+1.4%。

实施例3（含量以摩尔为单位）

首先将3.7mol醋酸锰、1.7mol醋酸镍、0.6mol醋酸钴充分研磨，与等摩尔量的草酸混合，充分研磨1小时，然后放入微波炉中处理2分钟，再置于70℃干燥，研磨为粉末。

再将研磨后的粉末放入马福炉中在150-250℃内预分解4小时，然后在800-900℃热分解4小时，充分研磨得到负温度系数热敏粉料。

再将所得热敏粉料中加入3%聚乙烯醇有机粘合剂混合均匀，过筛造粒，干压成型小圆片，然后将圆片素坯放入硅碳棒箱式炉中，在1150-1300℃烧结，烧结时间为3-6小时，升、降温速率为60℃/小时，采用钎-银导体浆料在烧

结片两面制备电极，在150℃下热处理200小时，焊上引线，在恒温油槽中测定R_{25℃}、R_{50℃}的B值为3615K，电阻率P为1680Ω·cm，阻值变化率+0.8 %。

实施例4（含量以摩尔为单位）

首先将3.1mol醋酸锰、2.3mol醋酸镍、0.6mol醋酸钴充分研磨，与等摩尔量的草酸混合，充分研磨1小时，然后放入微波炉中处理2分钟，再置于70℃干燥，研磨为粉末。

再将研磨后的粉末放入马福炉中在150-250℃内预分解4小时，然后在800-900℃热分解4小时，充分研磨得到负温度系数热敏粉料。

再将所得热敏粉料中加入3%聚乙烯醇有机粘合剂混合均匀，过筛造粒，干压成型小圆片，然后将圆片素坯放入硅碳棒箱式炉中，在1150-1300℃烧结，烧结时间为3-6小时，升、降温速率为60℃/小时；采用钯-银导体浆料在烧结片两面制备电极，在150℃下热处理200小时，焊上引线，在恒温油槽中测定R_{25℃}、R_{50℃}的B值为3550K，电阻率P为1070Ω·cm，阻值变化率+0.8 %。

实施例5（含量以摩尔为单位）

首先将3mol醋酸锰、1mol醋酸镍、2mol醋酸镁充分研磨，与等摩尔量的草酸混合，充分研磨1小时，然后放入微波炉中处理2分钟，再置于70℃干燥，研磨为粉末。

再将研磨后的粉末放入马福炉中在150-250℃内预分解4小时，然后在800-900℃热分解4小时，充分研磨得到负温度系数热敏粉料。

再将所得热敏粉料中加入3%聚乙烯醇有机粘合剂混合均匀，过筛造粒，干压成型小圆片，然后将圆片素坯放入硅碳棒箱式炉中，在1150-1300℃烧结，烧结时间为3-6小时，升、降温速率为60℃/小时；采用钯-银导体浆料在烧结片两面制备电极，在150℃下热处理200小时，焊上引线，在恒温油槽中测定R_{25℃}、R_{50℃}的B值为4190K，电阻率P为35500Ω·cm，阻值变化率+0.4%。

实施例6（含量以摩尔为单位）

首先将3.2mol醋酸锰、0.8mol醋酸镍、2.2mol醋酸镁充分研磨，与等摩尔量的草酸混合，充分研磨1小时，然后放入微波炉中处理2分钟，再置于70℃干燥，研磨为粉末。

再将研磨后的粉末放入马福炉中在150-250℃内预分解4小时，然后在800

-900℃热分解4小时，充分研磨得到负温度系数热敏粉料。

再将所得热敏粉料中加入3% 聚乙烯醇有机粘合剂混合均匀，过筛造粒，干压成型小圆片，然后将圆片素坯放入硅碳棒箱式炉中，在1150-1300℃烧结，烧结时间为3-6小时，升、降温速率为60℃/小时；采用钯-银导体浆料在烧结片两面制备电极，在150℃下热处理200小时，焊上引线，在恒温油槽中测定R_{25℃}、R_{50℃}的B值为4280K，电阻率P为14800Ω·cm，阻值变化率±0.3%。